



⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 43 23 810 A 1

⑤ Int. Cl.⁵:
D 06 M 15/227

D 06 M 15/53
D 06 M 13/02
D 06 M 13/342
D 06 M 13/402
B 01 F 17/42
C 08 L 91/06
C 08 L 23/30

⑲ Aktenzeichen: P 43 23 810.6
⑳ Anmeldetag: 15. 7. 93
㉑ Offenlegungstag: 20. 1. 94

DE 43 23 810 A 1

// (C08L 91/06,23/30)C08L 71/02,D06M 15/423,101:06,101:12,101:34,101:32,101:20,101:38,101:28,B01F 17/18,17/34,17/28,17/22,17/32,17/14,C09K 3/16,C09D 191/06,C09F 11/00,C09G 1/08,D06L 3/12

③⑥ Innere Priorität: ③② ③③ ③①
17.07.92 DE 42 23 685.1

⑦① Anmelder:
Sandoz-Patent-GmbH, 79539 Lörrach, DE

⑦② Erfinder:
Schleusener, Eckart, Dr., Reinach, CH

⑤④ Amphotensidhaltige Wachspräparate, deren Herstellung und Verwendung

⑤⑦ Mit Wasser verdünnbare, amphotensidhaltige Wachspräparate (P), enthaltend als Wachs (W) ein oxidiertes und gegebenenfalls teilverseiftes Kohlenwasserstoffwachs oder ein Gemisch solcher Wachse und als Tensid (A₁) mindestens ein amphoteres Tensid, das eine Polyäthylenglykolätherkette enthält, und gegebenenfalls weitere Tenside und Zusätze, eignen sich hervorragend als Weichmacher hoher Hydrophilie, die mit optischen Aufhellern und Kunstharzausrüstungen weitgehend verträglich sind.

DE 43 23 810 A 1

Beschreibung

Bei der weichmachenden Ausrüstung von Fasermaterial, insbesondere Textilmaterial, sind störende Erscheinungen die Herabsetzung der Hydrophilie des Substrates, die Unverträglichkeit von weichmachenden Ausrüstungsmitteln mit optischen Aufhellern (was ein Hindernis zur gleichzeitigen optischen Aufhellung darstellt) oder/und besonders die durch eine weichmachende Ausrüstung verursachte Vergilbung von bereits aufgehellter Ware. Außerdem wird in der Technik gewünscht, daß ein Ausrüstungspräparat rasch und gut mit Wasser verdünnbar sei, damit aufwendige und zeitraubende Mischverfahren vermieden werden können, und weiter ist es auch gewünscht, daß ein solches Produkt sowohl in der konzentrierten als auch in der vorverdünnten Form (z. B. als Stammdispersion) genügend lagerbeständig sei.

Es wurde nun gefunden, daß die unten definierten amphotensidhaltigen Wachspräparate (P) sich überraschend gut als weichmachende Ausrüstungsmittel eignen, die ein hervorragendes Hydrophilierungsverhalten aufweisen, mit optischen Aufhellern und mit optischen Aufhellungen verträglich sind, und auch den weiteren obigen Anforderungen bezüglich Verdünnbarkeit und Stabilität gerecht werden.

Die Erfindung betrifft diese Präparate, deren Herstellung und deren Verwendung als Ausrüstungsmittel, sowie die neuen Amphotensidgemische.

Ein erster Gegenstand der Erfindung sind also mit Wasser verdünnbare, amphotensidhaltige Wachspräparate (P) enthaltend als Wachs

(W) ein oxidiertes und gegebenenfalls teilverseiftes Kohlenwasserstoffwachs oder ein Gemisch solcher Wachse und als Tensid

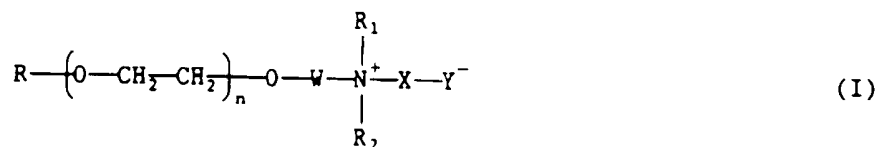
(A₁) mindestens ein amphoterer Tensid, das eine Polyäthylenglykolätherkette enthält.

Die Wachse (W) sind im allgemeinen carboxygruppenhaltige, oxidierte und gegebenenfalls teilverseifte Kohlenwasserstoffwachse und umfassen im allgemeinen beliebige synthetische und/oder mineralische Wachse, die in der oxidierten Form noch eine Wachssiruktur haben, z. B. oxidierte Mikrowachse oder oxidierte Polyolefinwachse (vornehmlich Polyäthylenwachse) oder noch Wachse, die gegebenenfalls direkt in oxidiierter Form synthetisiert werden, z. B. Fischer-Tropsch-Wachse, und auch deren Oxidationswachse, wobei die genannten oxidierten Wachse, besonders die oxidierten Polyolefinwachse und die Fischer-Tropsch-Wachse, gegebenenfalls teilverseift sein können. Unter den erwähnten Wachsen sind die oxidierten und gegebenenfalls teilverseiften Mikrowachse, Fischer-Tropsch-Wachse und Polyäthylenwachse bevorzugt. Solche Wachse sind im allgemeinen bekannt und können durch übliche Parameter charakterisiert werden, wie Tropfpunkt, Säurezahl und gegebenenfalls Verseifungszahl, Dichte, Nadelpenetration (z. B. nach ASTM—D 1321), Molgewicht und Erstarrungspunkt. Als (W) kommen vorteilhaft oxidierte Mikrowachse, teilverseifte Fischer-Tropsch-Wachse oder oxidierte und gegebenenfalls teilverseifte Polyäthylenwachse in Betracht, deren Tropfpunkt vorzugsweise oberhalb 85°C, insbesondere innerhalb des Temperaturbereiches von 90 bis 130°C liegt, und deren Säurezahl vorteilhaft im Bereich von 5 bis 80, vorzugsweise 10 bis 60 liegt. Die Verseifungszahl liegt vorteilhaft im Bereich von 10 bis 120, vorzugsweise 20 bis 80. Unter den oxidierten Mikrowachsen sind diejenigen bevorzugt, deren Tropfpunkt innerhalb des Temperaturbereiches von 95 bis 120°C liegt; von den oxidierten, gegebenenfalls teilverseiften Polyäthylenwachsen sind solche bevorzugt, deren Tropfpunkt innerhalb des Temperaturbereiches von 102 bis 120°C liegt; unter den Fischer-Tropsch-Wachsen sind besonders die teilverseiften Fischer-Tropsch-Wachse bevorzugt, deren Tropfpunkt im Temperaturbereich von 85 bis 120°C liegt. Unter den genannten Wachsen sind die oxidierten, gegebenenfalls teilverseiften Polyäthylenwachse bevorzugt. Die Dichte der genannten Wachse liegt vorteilhaft im Bereich von 0,9 bis 1,05 g/cm³ bei 20°C, wobei unter den oxidierten Polyäthylenwachsen besonders diejenigen bevorzugt sind, deren Dichte im Bereich von 0,93 bis 1,02 g/cm³ bei 20°C liegt. Die Nadelpenetration nach ASTM—D 1321 der Wachse (W) liegt vorteilhaft im Bereich von 1 bis 20, vorzugsweise 1 bis 10. Unter den oxidierten Polyäthylenwachsen sind insbesondere diejenigen bevorzugt, deren durchschnittliches Molgewicht M_g im Bereich von 1000 bis 5000 liegt.

Die Wachse (W) werden mit Tensiden kombiniert, wobei mindestens ein Teil dieser Tenside Amphotenside (A₁) sind. Die Tenside (A₁) enthalten zweckmäßig einen lipophilen Rest, welcher vorteilhaft ein höhermolekularer Kohlenwasserstoffrest ist, der beispielsweise aliphatisch oder alkylaromatisch sein kann, und gegebenenfalls über eine Carbonylgruppe an den hydrophilen Teil des Moleküls gebunden ist. Vorteilhaft ist der lipophile Rest ein Fettrest oder Fettsäurerest mit 10 bis 30, vorzugsweise 12 bis 24 Kohlenstoffatomen, oder ein alkylsubstituiertes Phenyl mit insgesamt vorteilhaft 10 bis 30, vorzugsweise 14 bis 24 Kohlenstoffatomen, insbesondere Mono- oder Di-(C₄–₁₂-alkyl)-phenyl. Die Polyäthylenglykolätherketten enthalten vorteilhaft 2 bis 70, vorzugsweise 3 bis 50, insbesondere 5 bis 30 Äthylenoxyeinheiten und können gegebenenfalls C₃–₄-Alkylenoxyeinheiten und/oder eine Styrenoxyeinheit enthalten. Wenn Styrenoxyeinheiten vorhanden sind, ist vorzugsweise nicht mehr als eine Einheit pro Polyäthylenglykolätherkette vorhanden; wenn C₃–₄-Alkylenoxyeinheiten vorhanden sind, sind vorzugsweise nicht mehr als fünf Einheiten pro Kette vorhanden. Die Äthylenoxyeinheiten in den Polyglykolätherketten betragen vorteilhaft mindestens 50%, vorzugsweise mindestens 80% der gesamten Glykoleinheiten der Polyglykolätherkette. Wenn Styrenoxyeinheiten und/oder C₃–₄-Alkylenoxyeinheiten vorhanden sind, können sich diese am Anfang der jeweiligen Kette, am Ende der jeweiligen Kette oder zwischen zwei Äthylenoxyeinheiten befinden. Besonders bevorzugt bestehen die Polyglykolätherketten ausschließlich aus Äthylenoxyeinheiten. Vorteilhaft sind die lipophilen Reste direkt an die Polyglykolätherketten, zur Bildung von lipophilsubstituierten Polyäthylenglykolätherketten, gebunden.

Die lipophil substituierte Polyglykolätherkette ist, gegebenenfalls über eine nicht-ionogene Brücke, an den amphoterer Teil des Moleküls gebunden, welcher vornehmlich von sonstigen Polyäthylenglykolätherketten frei ist und vorzugsweise monokationisch ist. Als monokationisch wird hier eine amphotere Verbindung verstanden, die nur eine kationische Ammoniumgruppe oder basische Aminogruppe kovalent gebunden enthält, wobei die basische Aminogruppe mindestens in der Form des inneren Salzes als Kation vorliegt. Allfällige externe, d. h.

nicht kovalent gebundene, salzbildende Gegenionen der anionischen Gruppen sind dabei nicht mitgezählt. Vorzugsweise sind die erfindungsgemäß eingesetzten Tenside (A₁) amphotere Tenside, die in der Form der inneren Salze der Formel



entsprechen, worin R einen Rest R' oder einen Rest der Formel R''-CO-,

R₁ C₁₋₄-Alkyl, C₂₋₃-Hydroxyalkyl, Benzyl oder -X-YM,

R₂ Wasserstoff, C₁₋₄-Alkyl, C₂₋₃-Hydroxyalkyl, Benzyl oder -X-YM, oder R₁ und R₂ zusammen mit dem Stickstoff an welchen sie gebunden sind einen Morpholiniumring,

R' einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen,

R'' einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 11 bis 23 Kohlenstoffatomen,

O-W einen Rest der Formel -O-CH₂-CH(OH)-CH₂- oder -O-CH₂-CO-NH-Z-,

X C₁₋₄-Alkylen oder β-Hydroxy-C₃₋₄-alkylen,

Y⁻ -COO⁻ oder -SO₃⁻

YM -COOM oder -SO₃M,

M Wasserstoff oder ein farbloses Kation,

Z C₂₋₆-Alkylen

und n eine Zahl von 5 bis 30 bedeuten und, wenn das Molekül mehr als einen Rest Y enthält, höchstens einer davon SO₃ bedeutet.

Als Reste R''-CO- kommen Reste üblicher Fettsäuren in Betracht, vornehmlich solche mit 12 mit 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere Lauroyl, Myristoyl, Palmitoyl, Oleoyl, Stearoyl, Arachidoyl oder Behenoyl oder auch technische Gemische, insbesondere die Säurereste der Talgfettsäure oder der Kokosfettsäure; unter den genannten Fettsäureresten sind diejenigen mit 14 bis 22, besonders 16 bis 22 Kohlenstoffatomen bevorzugt, vor allem die gesättigten. Als aliphatische Kohlenwasserstoffreste R' können die entsprechenden Fettalkylreste genannt werden, insbesondere Lauryl, Myristyl, Cetyl, Oleyl, Stearyl, Behenyl und Arachidyl, sowie technische Gemische, die hauptsächlich aus solchen Resten bestehen, insbesondere die Reste von Kokosfettalkohol, Talgfettalkohol, Kokosalkylfettalkohol und Talgalkylfettalkohol, ferner auch die Reste von verzweigten Alkoholen z. B. von Isostearylalkohol oder Tetramethylnonanol. Unter den genannten Kohlenwasserstoffresten sind die linearen und besonders die gesättigten Reste bevorzugt, insbesondere diejenigen mit 14 bis 22 Kohlenstoffatomen, vornehmlich mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen, vor allem Stearyl und Talgalkyl.

Die C₁₋₄-Alkylreste in der Bedeutung von R₁ und R₂ können linear oder, wenn sie 3 oder 4 Kohlenstoffatome enthalten, auch verzweigt sein, namentlich Methyl, Äthyl, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sec-Butyl und tert-Butyl, worunter die niedrigermolekularen, besonders Methyl und Äthyl, bevorzugt sind. Als C₂₋₃-Hydroxyalkylreste kommen insbesondere diejenigen in Betracht, worin die Hydroxygruppe sich in β-Stellung befindet, vorteilhaft β-Hydroxyäthyl und β-Hydroxypropyl.

Die C₁₋₄-Alkylenbrücken X können linear oder, wenn sie drei oder vier Kohlenstoffatome enthalten, auch verzweigt sein; besonders erwähnenswert sind Methylen, Äthylen, Trimethylen, Tetramethylen und methylsubstituiertes Äthylen. Die β-Hydroxy-C₃₋₄-alkylengruppen in der Bedeutung von X sind vorzugsweise entweder β-Hydroxypropylen-1,3 oder 2-Hydroxy-2-methyl-propylen-1,3, worunter β-Hydroxy-propylen-1,3 bevorzugt ist.

C₂₋₆-Alkylen in der Bedeutung von Z steht vorzugsweise für ein lineares Alkylen, insbesondere Di-, Tri-, Tetra-, Penta- oder Hexamethylen, worunter Äthylen und vor allem Propylen-1,3 bevorzugt sind.

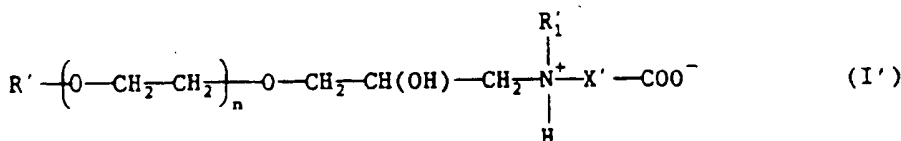
In der Bedeutung von -O-W- ist -O-CH₂-CH(OH)-CH₂- bevorzugt.

Wenn M ein farbloses Kation bedeutet, steht es vorteilhaft für ein Alkalimetallkation (Lithium, Natrium, Kalium) oder ein Ammoniumkation [unsubstituiertes Ammonium oder niedrigmolekulares aliphatisches Ammonium, z. B. Mono-, Di- oder Tri-(C₁₋₂-alkyl)-ammonium oder Mono-, Di- oder Tri-(C₂₋₃-alkanol)-ammonium] oder gegebenenfalls für ein Äquivalent eines Magnesiumkations, oder auch für Gemische solcher Kationen.

Das monokationische Molekül kann mehr als eine anionische Gruppe enthalten, z. B. wenn R₁ und/oder R₂ für einen Rest -X-Y-M stehen; es ist allerdings bevorzugt, daß der anionische Charakter nicht zu stark überwiegt und so ist es bevorzugt, daß bei Anwesenheit mehrerer anionischer Gruppen, welche insbesondere Sulfogruppen und Carboxygruppen sein können, höchstens eine dieser Gruppen eine Sulfogruppe darstellt; besonders bevorzugt enthält das Molekül höchstens zwei anionische Gruppen, wovon höchstens eine eine Sulfogruppe ist. Wenn das Molekül zwei Gruppen Y enthält, sind vorzugsweise beide Carboxygruppen; wenn das Molekül nur eine Gruppe Y enthält [d. h. wenn weder R₁ noch R₂ in der Formel (I) für einen Rest -X-YM stehen], steht Y für SO₃ oder vorzugsweise COO⁻. Mit besonderer Bevorzugung ist Y eine Gruppe -COO⁻.

R₁ steht vorzugsweise für C₁₋₄-Alkyl oder C₂₋₃-Hydroxyalkyl, worunter Methyl, Äthyl und β-Hydroxyäthyl bevorzugt sind, R₂ steht vorzugsweise für Wasserstoff, C₁₋₄-Alkyl oder C₂₋₃-Hydroxyalkyl, worunter Wasserstoff, Methyl, Äthyl und -Hydroxyäthyl bevorzugt sind. Besonders bevorzugt bedeutet R₂ in der Formel (I) Wasserstoff.

Besonders bevorzugte Verbindungen der Formel (I) entsprechen, in der Form der inneren Salze, der Formel



worin R_1 C_{1-2} -Alkyl oder C_{2-3} -Hydroxyalkyl und X' C_{1-4} -Alkylen bedeuten.

Neben den Tensiden (A_1) können die erfindungsgemäßen Präparate weitere Tenside enthalten, insbesondere (A') mindestens ein von Polyäthylenglykolätherketten freies, monokationisches, amphoteres Tensid, das mindestens einen lipophilen Rest enthält.

Als (A') können bekannte amphotere Tenside eingesetzt werden, z. B. solche wie in B.R. BLUESTEIN and Clifford L. HILTON "Amphoteric Surfactants" (Band 12 von "Surfactant Science Serie", Marcel Dekker Inc., New York and Basel, 1982), besonders in den Kapiteln 1 bis 4, beschrieben.

Als lipophile Reste kommen, unabhängig von (A_1), solche in Betracht, wie unter (A_1) genannt und insbesondere auch bevorzugt. Die lipophilen Reste können, gegebenenfalls über ein nicht-ionogenes Brückenglied, an den hydrophilen amphoteren Teil gebunden sein, wobei als Brückenglieder insbesondere solche in Betracht kommen, wie in Formel (I) als $-O-W-$ oder $-CO-NH-Z-$ bezeichnet. Der amphotere Teil ist monokationisch und kann, analog wie oben für (A_1) dargelegt, auch mehr als eine anionische Gruppe enthalten. (A') kann quaternär oder nicht-quaternär sein oder auch ein Gemisch von quaternären und nicht-quaternären Amphotensiden sein.

Vorzugsweise enthält (A')

(A_2) mindestens ein amphoteres Tensid der allgemeinen Betainreihe, das keine Polyäthylenglykolätherkette enthält.

Bevorzugte Amphotenside (A_2) entsprechen in der Form der inneren Salze der Formel



worin R_0 unabhängig von R einen Rest R' oder einen Rest der Formel $R'-O-W-$ oder der Formel $R''-CO-NH-Z-$

und R_3 C_{1-4} -Alkyl, C_{2-3} -Hydroxyalkyl, Benzyl oder $-X-YM$

oder R_1 und R_3 zusammen mit dem Stickstoff an welchen sie gebunden sind einen Morpholiniumring bedeuten und, wenn das Molekül mehr als einen Rest Y enthält, höchstens einer davon SO_3 bedeutet.

Analog wie oben zu R_2 beschrieben, können die C_{1-4} -Alkylreste in der Bedeutung von R_3 linear oder, wenn sie 3 oder 4 Kohlenstoffatome enthalten, auch verzweigt sein; bevorzugte Alkylreste R_3 sind Äthyl und insbesondere Methyl. C_{2-3} -Hydroxyalkyl steht vorzugsweise für β -Hydroxyäthyl oder β -Hydroxypropyl, insbesondere für β -Hydroxyäthyl. Wenn das Molekül mehrere Reste X und mehrere Gruppen Y enthält, können die jeweiligen Reste X bzw. Gruppen Y untereinander gleich oder verschieden sein. Analog wie für (A_1) beschrieben, ist es auch für (A_2) bevorzugt, daß der anionische Charakter nicht zu stark ausgeprägt ist, und so sind diejenigen Verbindungen der Formel (II) bevorzugt, worin höchstens eines von R_1 und R_3 für einen Rest $-X-YM$ steht. Wenn das Molekül zwei Gruppen Y enthält, sind vorzugsweise beide Carboxygruppen; wenn das Molekül nur eine Gruppe Y enthält [d. h. wenn weder R_1 noch R_3 in der Formel (II) für einen Rest $-X-YM$ stehen], steht Y für SO_3 oder vorzugsweise COO . Besonders bevorzugt unter den Tensiden (A_2) sind diejenigen der Carboxylbetainreihe, d. h. worin Y für $-COO^-$ steht und X C_{1-4} -Alkylen, vor allem Methylen, bedeutet.

Nach einer besonderen weiteren Ausführungsform der Erfindung enthält (A')

(A_3) mindestens ein nicht-quaternäres, amphoteres Tensid, das keine Polyäthylenglykolätherkette enthält.

Vorzugsweise entsprechen die Tenside (A_3) in der Form des inneren Salzes der Formel



Für den Substituenten R_0 kommen, unabhängig von (A_2) bzw. von der Formel (II), die gleichen Bedeutungen in Betracht, wie für R_0 in der Formel (II) angegeben. Wenn sowohl Tenside der Formel (II) als auch solche der Formel (III) vorhanden sind, können die jeweiligen Symbole R_0 gleiche oder verschiedene Bedeutungen haben.

Wenn neben den Tensiden der Formel (I) auch solche der Formel (II) und/oder der Formel (III) vorhanden sind, können die jeweiligen Symbole R_1 gleiche oder verschiedene Bedeutungen untereinander aufweisen und die Reste $-X-Y$ können untereinander gleiche oder verschiedene Bedeutungen haben. Nach einer bevorzugten Variante sind in (A') sowohl Verbindungen der Formel (II) als auch der Formel (III) vorhanden, wobei in den

Verbindungen der Formel (III) Y vorzugsweise für $-\text{SO}_3^-$ steht.

Vorteilhaft sind die erfindungsgemäßen Wachspräparate durch einen Gehalt an (A) einem amphoteren Tensidgemisch aus (A₁) und (A') gekennzeichnet.

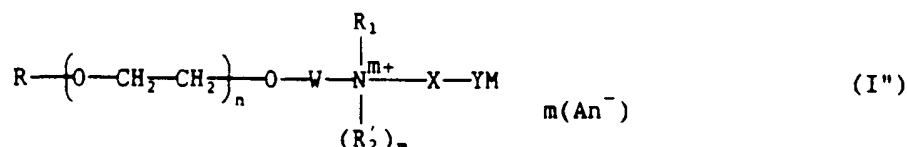
Vorzugsweise ist (A)
(A_{1/2}), d. h. ein Gemisch aus (A₁) und (A₂),
(A_{1/3}), d. h. ein Gemisch aus (A₁) und (A₃),
oder (A_{1/2/3}), d. h. ein Gemisch aus (A₁), (A₂) und (A₃).

(A₁), (A₂) und (A₃) sind dabei wie oben definiert.

Ein besonderer Gegenstand der Erfindung ist auch durch die amphoteren Tensidgemische (A), insbesondere (A_{1/2}), (A_{1/3}) oder (A_{1/2/3}), dargestellt.

Die erfindungsgemäß einzusetzenden amphoteren Tenside (A₁) und die gegebenenfalls vorhandenen amphoteren Tenside (A₂) und (A₃) können nach an sich bekannten Verfahren hergestellt werden.

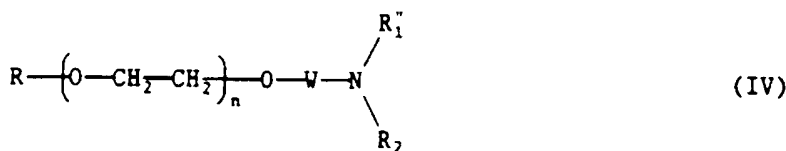
Die Tenside (A₁) können beispielsweise durch Einführung einer oder mehrerer anionischer Gruppen in eine entsprechende basischere Tensidverbindung, die eine Polyäthylenglykolätherkette, insbesondere eine lipophilsubstituierte Polyäthylenglykolätherkette enthält, oder durch Einführung einer lipophilsubstituierten Polyäthylenglykolätherkette, gegebenenfalls über eine geeignete nicht-ionogene Brücke, in eine von lipophilen Resten und Polyglykolätherketten freie amphotere, nicht quaternäre Verbindung hergestellt werden, z. B. analog wie in der DE-OS 28 07 130 oder im US-Patent 3 210 410 beschrieben. Die Verbindungen (A₁), die in der Form des inneren Salzes der Formel (I) entsprechen und die in der Form des externen Salzes durch die folgende Formel dargestellt werden können



worin An^- ein Äquivalent eines Gegenions zum Ammoniumion bedeutet und zweckmäßig für ein solches Anion steht, wie es durch die Herstellung des Produktes gebildet wird oder durch Ionenaustausch eingeführt werden kann, z. B. für Halogenid, Methosulfat, Äthosulfat, Tosylat oder das Anion einer niedermolekularen aliphatischen Carbonsäure (z. B. mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Formiat, Acetat, Propionat, Oxalat, Citrat, Lactat oder Tartrat),

R_2' C_{1-4} -Alkyl, C_{2-3} -Hydroxyalkyl, Benzyl oder $-\text{X}-\text{YM}$ bedeutet und m 0 oder 1 bedeutet,

können insbesondere dadurch hergestellt werden, daß eine Verbindung der Formel



worin R_1'' Wasserstoff, C_{1-4} -Alkyl, C_{2-3} -Hydroxyalkyl, Benzyl oder $-\text{X}-\text{YM}$, vorzugsweise C_{1-2} -Alkyl oder C_{2-3} -Hydroxyalkyl, bedeutet,

mit mindestens einer einen Rest der Formel



abgebenden Verbindung umsetzt.

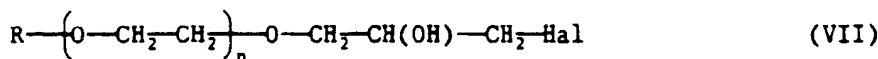
Die Verbindungen der Formel (IV) können beispielsweise dadurch hergestellt werden, daß man einen entsprechenden lipophilsubstituierten Polyglykoläther der Formel



mit einer Verbindung der Formel



5
10 worin Hal für Halogen, vorzugsweise Chlor oder Brom, steht,
oder eine Verbindung der Formel



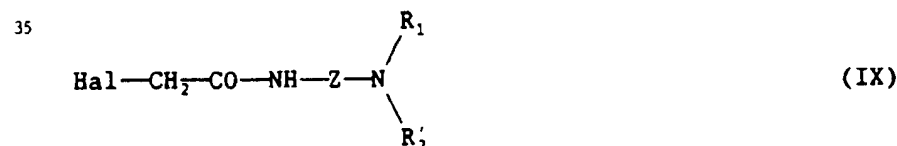
15 mit einem Amin der Formel



20
25 worin R_1'' Wasserstoff, C_1 -4-Alkyl, C_2 -3-Hydroxyalkyl, Benzyl oder $-\text{X}-\text{YM}$
bedeutet,
unter dehydrohalogenierenden Bedingungen kondensiert.

30 Wenn in der Formel (IV) mindestens eines der beiden Symbole R_1'' und R_2 für einen Rest der Formel (a) steht,
können auf diese Weise die nicht-quaternären Verbindungen der Formel (I) bzw. (I'') auch hergestellt werden. In
der Formel (VI) steht $-\text{W}-$ vorteilhaft für einen Rest der Formel $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{NH}-\text{Z}-$.

Die Zwischenprodukte der Formel



40 können durch Acylierung von Aminen der Formel

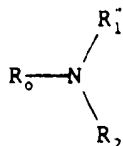


50 mit Halogenessigsäurehalogenid, vorzugsweise mit Chloressigsäurechlorid, hergestellt werden.

In den Verbindungen der Formel (IX) stehen R_1 und R_2' , vorzugsweise nicht für C_2 -3-Hydroxyalkyl.

Gegebenenfalls können hergestellte nicht-quaternäre Verbindungen der Formel (I) oder (I'') bzw. Verbindungen der Formel (IV) die mindestens einen Rest $-\text{X}-\text{YM}$ enthalten, durch Alkylierung oder/und Quaternierung mit entsprechenden Alkylierungs- bzw. Quaternierungsmitteln, die zur Einführung eines C_1 -4-Alkylrestes, eines C_2 -3-Hydroxyalkylrestes oder eines Benzylrestes fähig sind, zu entsprechend substituierten gegebenenfalls quaternierten Verbindungen der Formel (IV) worin keines von R_1'' und R_2 Wasserstoff bedeutet, bzw. der Formel (I'') worin m 1 bedeutet, umgesetzt werden.

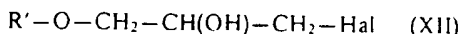
60 Auf analoge Weise wie die Verbindungen der Formel (I) bzw. (I''), können die Verbindungen (A'), insbesondere solche der Formel (II) und der Formel (III), hergestellt werden, vornehmlich durch Umsetzung entsprechender Aminoverbindungen der Formel



(XI)

mit entsprechenden, einen Rest (a) abgebenden Verbindungen.

Die Verbindungen der Formel (XI), worin R_0 für einen Rest der Formel $R'-O-W-$ steht, und $-O-W-$ für $-O-CH_2-CO-NH-Z-$ steht, können durch Umsetzung von Verbindungen der Formel (IX) mit entsprechenden Alkoholen der Formel $R'-OH$ in der Form ihrer Alkalimetallalkoholate, hergestellt werden; diejenigen worin $-W-$ für $-CH_2-CH(OH)-CH_2-$ steht, können beispielsweise auch durch Umsetzung von Verbindungen der Formel



mit entsprechenden Aminen der Formel (VIII) hergestellt werden. Diese Umsetzungen erfolgen unter dehydrohalogenierenden Bedingungen. Die Verbindungen der Formel (IX), worin R_0 für einen Rest der Formel $R''-CO-NH-Z-$ steht, können durch Acylierung entsprechender Amine der Formel (X) mit einem zur Abgabe des Restes $R''-CO-$ geeigneten Acylierungsmittel hergestellt werden.

Zur Herstellung von Verbindungen der Formel (II) werden vorteilhaft solche Verbindungen der Formel (XI) bzw. Vorprodukte verwendet, worin R_1' und R_2 nicht für Wasserstoff stehen, oder, wenn eines oder beide für Wasserstoff stehen, wird entweder mindestens eine weitere Gruppe $-X-YM$ eingeführt oder/und es wird mit einem zur Einführung eines C_{1-4} -Alkylrestes, eines C_{2-3} -Hydroxyalkylrestes oder eines Benzylrestes fähigen Quaternierungsmittels quaterniert.

Zur Herstellung der Verbindungen der Formel (III) werden zweckmäßig solche Verbindungen der Formel (XI) verwendet, worin R_2 Wasserstoff bedeutet.

Die Verbindungen der Formeln (VII) und (XII) können auf an sich bekannte Weise durch Umsetzung der jeweiligen Alkohole der Formeln (V) oder $R'-OH$ mit Epihalogenhydrin, insbesondere Epichlorhydrin, hergestellt werden, wobei die Umsetzung vorzugsweise in der Wärme (z. B. im Temperaturbereich von 50 bis 100°C) und in Gegenwart eines geeigneten Katalysators (z. B. Bortrifluoridätherat) unter praktisch wasserfreien Bedingungen erfolgt. Die Acylierung der Amine der Formel (X) mit Halogenessigsäurehalogenid, zur Herstellung der Produkte der Formel (IX), oder mit einer Säure der Formel $R''-COOH$ oder einem geeigneten funktionellen Derivat davon, vorzugsweise einem Halogenid (insbesondere Chlorid), erfolgt unter an sich bekannten Bedingungen, vorteilhaft in der Wärme (z. B. im Temperaturbereich von 50 bis 100°C, vorzugsweise 55 bis 90°C), vorzugsweise in Gegenwart eines inerten Lösungsmittels (z. B. eines Mono- oder Dialkylenglykols oder eines Monoalkyläthers davon) oder/und in Gegenwart von Wasser.

Die Umsetzung der Amine der Formel (VIII) mit den jeweiligen Halogeniden der Formel (VII) oder (XII) erfolgt zweckmäßig unter dehydrohalogenierenden Bedingungen, vorteilhaft in Gegenwart einer starken Base (z. B. Alkalimetallhydroxid, z. B. Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid), vorteilhaft in der Wärme, z. B. im Temperaturbereich von 50 bis 100°C, vorzugsweise 55 bis 90°C. Auch die dehydrohalogenierende Umsetzung der Verbindungen der Formel (VI) bzw. (IX) mit entsprechenden Alkoholen kann unter solchen Bedingungen durchgeführt werden, wobei die Alkohole vorteilhaft in der Form ihrer Alkalimetallalkoholate eingesetzt werden.

Gegebenenfalls können Verbindungen der Formel (III), worin R_0 einen Rest $R''-CO-NH-CH_2-CH_2-$ bedeutet, zum entsprechenden Imidazolin cyclisiert werden.

Als Reagenzien, die zur Abgabe des Restes der Formel (a) fähig sind, kommen im allgemeinen übliche Alkylierungsmittel in Betracht, die als Substituenten einen Rest $-YM$ tragen oder in denen der Substituent $-YM$ im Anschluß an die Alkylierung eingeführt werden kann. Es können insbesondere die folgenden (a)-abgebenden Produkte angegeben werden: äthylenisch ungesättigte aliphatische Carbonsäuren mit 3 oder 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Acrylsäure, Methacrylsäure und Crotonsäure, zyklische Alkansulfone, insbesondere Propansulton und Butansulton, und besonders bevorzugt Verbindungen der Formel



Unter den Verbindungen der Formel (XIII) sind insbesondere die jeweiligen Chloralkancarbonsäuren (z. B. Chloressigsäure, Chlorpropionsäure, Chlorbuttersäure und Chlorvaleriansäure), Chlor- C_{2-4} -alkansulfonsäuren (z. B. Chloräthansulfonsäure und Chlorpropansulfonsäure) und β -Hydroxy-(chlor- C_{3-4} -alkan)sulfonsäuren, insbesondere 3-Chlor-2-hydroxypropan-1-sulfonsäure bevorzugt; die Einführung einer Sulfomethylgruppe oder einer Sulfoäthylgruppe kann auch durch aufeinanderfolgende Umsetzung mit einem entsprechenden Aldehyd (Formaldehyd oder Acetaldehyd) und einem geeigneten Sulfit (z. B. Natriumbisulfit) bewerkstelligt werden; die Einführung einer β -Hydroxypropansulfonsäuregruppe kann auch durch aufeinanderfolgende Alkylierung mit Epichlorhydrin zur epoxypropansubstituierten Verbindung und Umsetzung mit einem geeigneten Sulfit (z. B. Natriumbisulfit) zur Herstellung der entsprechenden β -Hydroxypropan- γ -sulfonsäure bewerkstelligt werden. Die Alkylierungsreaktionen können unter an sich bekannten Bedingungen durchgeführt werden, vorteilhaft in der Wärme, z. B. bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 100°C, vorzugsweise 55 bis 90°C, wobei für die Umsetzung mit Verbindungen der Formel (XIII) vorteilhaft in Gegenwart einer zusätzlichen Base (z. B. Alkali-

metallhydroxid) zur Erleichterung bzw. Beschleunigung der Dehydrohalogenierung verfahren wird. Die zyklischen Sulfone und die äthylenisch ungesättigten Säuren (bzw. Salze davon) werden zweckmäßig dann eingesetzt, wenn die jeweilige Aminoverbindung [beispielsweise der Formel (IV) oder (XI)] mindestens einen reaktiven Wasserstoff enthält, d. h. wenn mindestens eines von R_1' und R_2 in diesen Verbindungen Wasserstoff bedeutet; auch die Umsetzung mit Formaldehyd bzw. Acetaldehyd erfolgt zweckmäßig an solchen Aminoverbindungen, die einen reaktiven Wasserstoff enthalten. Falls eine nachträgliche Alkylierung oder Quaternierung zur Einführung eines entsprechenden Restes R_2' oder R_3 , der eine andere Bedeutung als $-X-YM$ aufweist, gewünscht ist, können nach der Einführung der Reste (a) entsprechende Alkylierungen bzw. Quaternierungen vorgenommen werden. Solche Quaternierungen können unter Verwendung entsprechender üblicher Quaternierungsmittel durchgeführt werden, z. B. mit entsprechenden Halogeniden oder Sulfaten, vornehmlich C_{1-4} -Alkylhalogenide, Dimethylsulfat, Diäthylsulfat oder Benzylhalogenid. Solche Quaternierungen können unter an sich üblichen Bedingungen durchgeführt werden, insbesondere wie oben für die Umsetzung mit den Verbindungen der Formel (XIII) angegeben. Im allgemeinen können die Dehydrohalogenierungen und Quaternierungsreaktionen in Gegenwart eines Lösungsmittels erfolgen, beispielsweise in wäßrigem oder wäßrig/organischem Medium, wobei als organische Lösungsmittel zweckmäßig aprotische Lösungsmittel, die mit Wasser mischbar sind, in Frage kommen, insbesondere die obengenannten.

Nach einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden Tensidgemische (A), insbesondere ($A_{1/2}$) dadurch hergestellt, daß die Einführung der Reste (a) als letzte Umsetzung erfolgt und auf ein Gemisch der jeweiligen polyglykolätherhaltigen und polyglykolätherfreien Vorprodukte durchgeführt wird, insbesondere auf ein Gemisch der Verbindungen der Formeln (IV) und (XI). Gewünschtenfalls können in einzelnen Fällen auch die Gemische von Verbindungen der Formeln (IV) und (XI) gemeinsam hergestellt werden, z. B. durch Umsetzung von Gemischen von Verbindungen der Formeln (VII) und (XII) mit entsprechenden Aminen der Formel (VIII) oder durch Umsetzung eines Gemisches von Verbindungen der Formel (V) und der Formel $R'-OH$ mit Verbindungen der Formel (VI), insbesondere (IX). Zur besseren Steuerung des Quaternierungsgrades ist es allerdings bevorzugt, die jeweiligen Verbindungen der Formeln (IV) und (XI) separat herzustellen, und dann die Umsetzung mit den (a)-abgebenden Verbindungen, insbesondere mit Verbindungen der Formel (XIII), im Gemisch durchzuführen, so daß beispielsweise ein bevorzugtes Gemisch von nicht-quaternären Verbindungen der Formel (I) bzw. (I') und quaternären Verbindungen der Formel (II) entsteht.

Das Gewichtsverhältnis (A_1)/(A') liegt vorteilhaft im Bereich von 0,1/1 bis 5/1, günstigerweise im Bereich von 0,2/1 bis 5/1, vorzugsweise im Bereich von 0,3/1 bis 2,4/1, insbesondere im Bereich von 0,5/1 bis 2,5/1. Wenn (A') nach einer bevorzugten Variante aus (A_2) besteht, liegt das Gewichtsverhältnis (A_1)/(A₂) im entsprechenden Tensidgemisch ($A_{1/2}$) vorteilhaft im Bereich von 0,2/1 bis 5/1, vorzugsweise im Bereich von 0,5/1 bis 2,5/1. Besonders bevorzugt macht (A_1) gewichtsmäßig mindestens ein Drittel der gesamten vorhandenen Amphotenside (A_1) + (A') aus.

Das Gewichtsverhältnis der gesamten vorhandenen Amphotenside (A) zu den Wachsen (W) liegt vorteilhaft im Bereich von 0,5/1 bis 5,5/1, vorzugsweise 1/1 bis 4/1. Wenn (A') nach einer bevorzugten Variante aus (A_2) besteht, liegt das entsprechende Gewichtsverhältnis ($A_{1/2}$)/(W) vorteilhaft im Bereich von 0,5/1 bis 5/1, vorzugsweise im Bereich von 1/1 bis 3,5/1. Das Gewichtsverhältnis (A_1)/(W) liegt vorteilhaft im Bereich von 0,1/1 bis 4/1, vorzugsweise im Bereich von 0,2/1 bis 2,5/1.

Die erfindungsgemäßen Gemische aus (W) und (A_1), insbesondere aus (W) und (A), können durch Mischen der jeweiligen Komponenten, zweckmäßig in der Schmelze, und gegebenenfalls Aufnehmen der Schmelze in Wasser zur Herstellung einer wäßrigen Dispersion (D) hergestellt werden, oder es kann auch ein Teil der Amphotenside, insbesondere vom Typus (A_2) oder (A_3), separat z. B. in Form von wäßriger Lösung oder Dispersion zugegeben werden.

Gewünschtenfalls können die erfindungsgemäßen Präparate mit weiteren Tensiden versetzt werden, insbesondere mit (B) mindestens einem nicht-ionogenen Tensid, mindestens einem schwachkationaktiven Tensid oder/und mindestens einem schwach-anionaktiven Tensid.

Die Tenside (B) können z. B. hydrophile Tenside (B_1) sein, d. h. solche die Dispergator- bzw. Emulgatorcharakter oder Schutzkolloidcharakter haben, oder hydrophobere Tenside (B_2) sein, d. h. solche wie sie in der Veredlung von Textilmaterial u. a. als Weichmacher oder/und Antistatika Verwendung finden und die vornehmlich (B_2') stickstoffhaltige Fettsäurederivate oder (B_2'') Fettsäuremono- und/oder -diglyceriden von C_{14-20} -Fettsäuren sind.

Emulgatoren bzw. Dispergatoren oder Schutzkolloide vom Typus (B_1) mit nicht-ionogenem bzw. schwach-kationaktivem Charakter sind in der Technik zahlreich bekannt und auch in der Fachliteratur beschrieben, so z. B. in M.J. SCHICK "Non-ionic surfactants" (Band 1 von "Surfactant Science Series", Marcel Dekker Inc., New York, 1967). Geeignete nicht-ionogene oder schwach-kationaktive Dispergatoren, Emulgatoren oder Schutzkolloide (B_1) sind vornehmlich Oxalkylierungsprodukte von Fettalkoholen, Fettsäuren, Fettaminen, Fettsäuremono- oder -dialkanolamiden (worin "Alkanol" besonders für "Äthanol" oder "Isopropanol" steht) oder Fettsäurereparialestern von tri- bis hexafunktionellen aliphatischen Polyolen, wobei als Oxalkylierungsmittel bekannte Oxirane, besonders C_{2-4} -Alkylenoxyde und gegebenenfalls Styroloxyd, in Betracht kommen, und mindestens 50% der eingeführten Oxalkyleinheiten Oxäthyleinheiten sind; vorteilhaft sind mindestens 80% der eingeführten Einheiten Oxäthyleinheiten; am einfachsten sind alle eingeführten Oxalkyleinheiten Oxäthyleinheiten. Die Ausgangsprodukte für die Anlagerung der Oxalkyleinheiten (Fettsäuren, Fettsäuremono- oder -dialkanolamide, Fettalkohole, Fettamine oder Fettsäurepolyolpartialester) können beliebige übliche Produkte sein, wie sie zur Herstellung solcher Tenside verwendet werden, vornehmlich solche mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen im Fettrest, wobei als Fettreste insbesondere solche in Betracht kommen, wie oben zu R aufgezählt; als Fettsäure-mono- oder -dialkanolamide können beispielsweise die Mono- oder Dialkanolamide der genannten Fettsäuren erwähnt

werden; als Fettamine und Fettalkohole können die entsprechenden Derivate der jeweiligen genannten Fettsäuren bzw. ihre Amide genannt werden sowie Synthesekohole (z. B. Tetramethylnonanol) und verzweigte aliphatische Amine. Als Partialester der genannten Polyole seien beispielsweise die Mono- oder Difettsäureester von Glycerin, Erythrit, Sorbit oder Sorbitan erwähnt, insbesondere die Sorbitan-mono- oder -di-oleate oder -stearate. Als Ausgangsprodukte können beispielsweise auch technische Gemische eingesetzt werden, z. B. Talgfettsäure, technische Sojaölsäure, technische Ölsäure oder Kokosfettsäure und deren Hydrierungs- oder Destillationsprodukte sowie die davon derivierten Mono- oder Dialkanolamide, Alkohole, Amine und Polyolpartialester. Von den genannten Produkten (B₁) sind die oxalkylierten Fettalkohole bevorzugt. Der Oxäthylierungsgrad beträgt vorteilhaft 2 bis 100, vorzugsweise 2 bis 70. Als nicht-ionogene oder schwach-anionische Tenside können auch Lecithinderivate, insbesondere Lecithinhydrolysate genannt werden, vornehmlich Hydrolysate des Sojalecithins. Als schwach anionische Tenside können z. B. die Carboxymethylierungsprodukte der nicht ionogenen Tenside genannt werden.

Als Tenside (B₂) kommen insbesondere niedrig-oxalkylierte oder nicht-oxalkylierte nicht-ionogene oder schwachkationische Fettsäurederivate in Betracht, vornehmlich solche, wie sie als Weichmacher oder/und Antistatika bekannt sind; als (B₂') vorteilhaft Acylierungsprodukte von Mono- oder Dialkanolaminen, insbesondere Mono- oder Diäthanolamin, oder von Alkanolaminoalkylaminen, insbesondere Äthanolaminoäthylamin oder Äthanolaminopropylamin, mit höheren Fettsäureresten, besonders solchen wie oben aufgezählt; als (B₂'') vorteilhaft Mono- oder/und Diglyceride von C₁₆-18-Fettsäuren, die vorzugsweise gesättigt sind, wobei unter den Fettsäureglyceriden diejenigen mit Veresterungsgrad 1 bis 1,7, besonders 1,1 bis 1,5, bevorzugt sind.

Der gesamte Gehalt an Komponenten (B) wird vorteilhaft so gewählt, daß (B) in den erfindungsgemäßen Präparaten gegenüber den übrigen gesamten Komponenten (W) und (A) nicht überwiegt, vorzugsweise so daß der Gesamtgehalt an (B₁) nicht größer ist als der Gesamtgehalt an (W). In (B)-haltigen Präparaten ist der Gehalt an (B₁) vorteilhaft im Bereich von 2 bis 50 Gew.-% von (W); der Gehalt an (B₂) ist vorteilhaft im Bereich von 0 bis 200 Gew.-% von (W), der Gehalt an (B₂') ist vorteilhaft im Bereich von 0 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 40 Gew.-% von (W), der Gehalt an (B₂'') ist vorteilhaft im Bereich von 0 bis 200 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 140 Gew.-% von (W).

Gewünschtenfalls können die erfindungsgemäßen Präparate noch weitere Zusätze enthalten, wie sie z. B. für die Lagerung, den Transport oder die Applikation speziell gewünscht sein können oder durch die Herstellung nach bestimmten Verfahren (z. B. als verwendete Lösungsmittel oder Katalysatoren oder als nicht-getrennte Nebenprodukte) vorkommen können. Insbesondere können die erfindungsgemäßen Präparate (C) einen Entschäumer, mindestens ein Öl, mindestens einen Lösungsvermittler oder/und mindestens ein Verflüssigungsmittel enthalten.

Als Entschäumer seien beispielsweise solche der Silikonreihe, der Paraffinreihe, der Phosphorsäuretri(alkyl)esterreihe oder der höheren (Iso)alkanolreihe genannt. Als Öle seien insbesondere Mineralöle bzw. Paraffinöle erwähnt, z. B. solche mit einem Siedebereich oberhalb 140°C, insbesondere zwischen 140 und 300°C. Als Lösungsvermittler kommen besonders nicht-ionogene, aprotische, mit Wasser mischbare Lösungsmittel in Betracht, z. B. Hexylenglykol. Als Verflüssigungsmittel kommen vornehmlich Cumolsulfonate, z. B. in Form von Alkalimetallsalzen, in Betracht.

Der Gesamtgehalt an Zusätzen (C) in den erfindungsgemäßen Präparaten ist vorzugsweise nicht größer als der Gesamtgehalt an (W) und liegt vorteilhaft im Bereich von 0 bis 80%, bezogen auf das Gewicht von (W).

Wie bereits oben angedeutet, können die erfindungsgemäßen Präparate vorteilhaft dadurch hergestellt werden, daß die Komponenten (W) und (A₁) und vorteilhaft mindestens ein Teil der Komponenten (A') in der Schmelze miteinander gemischt werden, z. B. bei Temperaturen im Bereich von 75 bis 180°C, vorzugsweise 78 bis 140°C. Der erhaltenen Schmelze können auch die weiteren gewünschten Komponenten zugegeben werden, insbesondere (B) und/oder (C). Die erfindungsgemäßen Präparate können als wasserfreie (d. h. trockene) Präparate (T) gehandhabt werden, insbesondere transportiert bzw. gelagert werden. Es ist auch von Vorteil, die hergestellten Präparate mit Wasser zu verdünnen, um gut rührbare und gießbare, stabile Dispersionen (D) daraus herzustellen; gewünschtenfalls kann ein Teil der Zusätze, insbesondere Zusätze vom Typus (B) und/oder (C), nach der Zugabe des Wassers oder eines Teils des Wassers erfolgen, besonders wenn das Produkt direkt in Form von wäßriger Dispersion (D) hergestellt wird. Solche wäßrigen Dispersionen (D) weisen vorteilhaft einen hohen Trockenstoffgehalt auf; vorzugsweise beträgt der Gehalt an (W) 1 bis 30 Gew.-%, vornehmlich 1 bis 15 Gew.-%, insbesondere 2 bis 12 Gew.-% der gesamten Dispersion (D). Der pH der wäßrigen Dispersionen (D) liegt vorteilhaft im Bereich von 4 bis 8,5, vorzugsweise im Bereich von 4,5 bis 8, und kann erforderlichenfalls z. B. durch Zugabe geeigneter Säuren oder Basen eingestellt werden, z. B. mit einer Mineralsäure oder einer C₁-4-aliphatischen Carbonsäure oder mit Alkalimetallhydroxiden und/oder niedrigmolekularen aliphatischen wasserlöslichen Aminen, vornehmlich Mono-, Di- oder Trialkanolaminen (Mono-, Di- oder Triäthanolamin oder Mono-, Di- oder Triisopropanolamin). Die Dispersionen (D) können in Form von relativ dickflüssigen aber noch gießbaren Suspensionen bis zu dünnflüssigen Dispersionen vorliegen. Der Wassergehalt in (D) liegt vorteilhaft im Bereich von 10 bis 92 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 85 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Gewicht von (D).

Die erfindungsgemäßen Präparate (P) — sowohl in Form von trockenen Präparaten (T) (als trocken wird hier ein solches Präparat verstanden, das einen Wassergehalt < 10 Gew.-%, vorzugsweise ≤ 5 Gew.-% aufweist) als auch von wäßrigen Dispersionen (D), insbesondere der konzentrierten Dispersionen (D) — zeichnen sich durch ihre Lagerbeständigkeit und Transportbeständigkeit, auch unter Hitzebedingungen oder Frostbedingungen, aus (wenn eine wäßrige Dispersion unter extremen Frostbedingungen gefrieren sollte, kann sie nach dem Auftauen durch einfaches Rühren wieder in die ursprüngliche, dispergierte Form gebracht werden) und sind mit Wasser sehr gut verdünnbar [die festen Präparate können durch Einrühren von Wasser in der Wärme, vorzugsweise bei Temperaturen im Bereich von 70 bis 95°C, in die Form von Dispersionen (D), wie oben beschrieben, gebracht

werden, insbesondere von konzentrierten Dispersionen, wie oben bevorzugt, welche dann beliebig mit Wasser weiterverdünnt werden können].

Die erfindungsgemäßen Wachspräparate (P) können im allgemeinen in beliebigen Gebieten eingesetzt werden, in welchen dispergierte Wachse Verwendung finden, z. B. in Polituren oder Beschichtungen, insbesondere sind sie aber für die Ausrüstung von Fasermaterial, insbesondere Textilmaterial, aus wäßrigem Medium geeignet. Sie dienen zur Verbesserung des Weichgriffes und finden folglich ihre Verwendung besonders als Textilweichmacher. Sie zeichnen sich besonders durch ihre Verträglichkeit mit anionischen Flottenkomponenten aus, insbesondere mit anionischen optischen Aufhellern, und sind daher auch entsprechend gut zur weichmachenden Ausrüstung von Weißware geeignet.

Als Substrate für das erfindungsgemäße Ausrüstungsverfahren eignen sich beliebige natürliche, vollsynthetische oder halbsynthetische Materialien, z. B. aus natürlicher oder modifizierter Cellulose, aus natürlichen oder synthetischen Polyamiden, aus Polyester, Polypropylen, Polyurethan oder Polyacrylnitril oder aus Gemischen solcher Materialien. Das Substrat kann in einer beliebigen Bearbeitungsform vorliegen, wie sie zur weichmachenden Ausrüstung verwendet wird, z. B. als lose Fasern, Filamente, Garne, Fäden, Garnstränge oder -spulen, Gewebe, Gewirke, Vliese, Vliesstoffe, Filze, Samt, Teppiche, Frottée- oder Tuftingware oder auch Halbfertig- und Fertigware und ferner auch Kunstleder. Da die erfindungsgemäßen Präparate ein hervorragendes Hydrophilieverhalten auf dem Substrat aufweisen, sind sie besonders für die weichmachende Ausrüstung von hydrophileren Substraten geeignet, insbesondere für Wolle, Seide und vor allem Cellulose (z. B. Baumwolle, Leinen, Hanf, Ramier, Sisal), wobei Frottéware besonders hervorzuheben ist.

Die Ausrüstung erfolgt zweckmäßig aus wäßrigem, vorteilhaft schwach saurem bis schwach alkalischem Medium, insbesondere im pH-Bereich von 4 bis 9, vorzugsweise 4,5 bis 8. Die Konzentration der erfindungsgemäßen Präparate (P), bezogen auf das Substrat, kann je nach Art und Beschaffenheit des Substrates, Applikationsmethode und gewünschtem Effekt in weiten Grenzen variieren und beträgt vorteilhaft Werte im Bereich von 0,03 bis 3, vorzugsweise 0,06 bis 1,5 Gew.-% Trockensubstanz, bezogen auf das Trockengewicht des Substrates. Das erfindungsgemäße Ausrüstungsverfahren erfolgt vorteilhaft als letzte Ausrüstungsstufe des Materials, vorzugsweise im Anschluß an ein optisches Aufhellverfahren und/oder Färbefahren, gegebenenfalls gleichzeitig mit oder nach einer zusätzlichen Behandlung, z. B. einer permanenten Ausrüstung des Fasermaterials.

Die erfindungsgemäße Ausrüstung kann nach beliebigen, an sich üblichen Verfahren erfolgen, z. B. nach Ausziehverfahren oder vorzugsweise nach Imprägnierverfahren. Bei Ausziehverfahren können sowohl Verfahren aus langer als auch aus kurzer Flotte in Frage kommen, z. B. bei Flottenverhältnissen (Flotte : Substrat) im Bereich von 100 : 1 bis 0,5 : 1, insbesondere zwischen 60 : 1 und 2 : 1. Die Applikationstemperatur im Ausziehverfahren kann auch bei üblichen Werten liegen, beispielsweise im Bereich zwischen Raumtemperatur und 60°C, vorzugsweise im Bereich von 25°C bis 50°C. Das Imprägnieren kann auch nach an sich üblichen Verfahren erfolgen, z. B. durch Tauchen, Klotzen, Besprühen, Aufstreichen oder Schaumauftrag, wobei das erfindungsgemäße Verfahren besonders vorteilhaft für Tauch- und Klotzverfahren verwendet wird. Nach dem Imprägnierverfahren oder Ausziehverfahren kann die behandelte Ware auf übliche Weise getrocknet werden, z. B. bei 30 bis 180°C, vorzugsweise 60 bis 160°C; wenn ein Kunstfasersubstrat auch nachzufixieren ist, kann dies gleichzeitig oder im Anschluß an die erfindungsgemäße Ausrüstung erfolgen (je nach Substrat z. B. im Temperaturbereich von 160 bis 220°C) oder, wenn eine Kunstharzappretur gleichzeitig mit der erfindungsgemäßen Ausrüstung erfolgt, kann die thermische Nachbehandlung z. B. im Temperaturbereich von 120 bis 220°C durchgeführt werden, vorteilhaft entspricht die weitere thermische Nachbehandlung dabei der Vernetzungs- bzw. Kondensationstemperatur des Harzes und liegt insbesondere im Bereich von 160 bis 190°C; bei Baumwollkunstharzappreturen kann man vorteilhaft die imprägnierte Ware einige Sekunden bei 120 bis 140°C vortrocknen, und dann bei höheren Temperaturen, vorzugsweise bei 170 bis 190°C, kurz kondensieren.

Wie bereits angedeutet kann die erfindungsgemäße Ausrüstung auch gleichzeitig mit einer optischen Aufhellung und/oder einer Kunstharzappretur durchgeführt werden, was besonders bei cellulosehaltigen Substraten von großer wirtschaftlicher Bedeutung ist.

Als optische Aufheller kommen im allgemeinen beliebige, in Wasser dispergierbare oder lösliche optische Aufheller in Betracht, wie sie für das optische Aufhellen entsprechender Substrate aus wäßriger Flotte geeignet sind, vornehmlich anionische optische Aufheller; besonders bevorzugt werden Cellulosesubstrate mit anionischen optischen Aufhellern der 4,4'-Bis(s-triazinylamino)stilben-2,2'-disulfonsäurereihe optisch aufgehellt. Solche optischen Aufheller sind in der Fachwelt bekannt und in der Literatur auch zahlreich beschrieben, z. B. in den Deutschen Patentschriften 11 06 334, 11 70 765, 17 95 047 und 19 39 521, in den Deutschen Offenlegungsschriften 19 63 065, 20 56 195, 21 45 384, 22 33 429, 24 03 455, 24 06 883, 24 30 624, 26 01 749 und 27 15 864 und in der Belgischen Patentschrift 754 466, worunter besonders diejenigen bevorzugt sind, die in den DE-OS 21 45 384 und 24 30 624 beschrieben sind. Auf die genannten Patente und Offenlegungsschriften wird hier ausdrücklich Bezug genommen.

Die Konzentration an optischen Aufhellern, bezogen auf das aufgehellte Substrat, kann in den üblichen Bereichen gehalten werden.

Für die Kunstharzappretur eignen sich beliebige, übliche Kunstharzkomponenten, wie sie für die Appretur von Textilmaterialien, insbesondere Cellulosematerialien, verwendet werden können, vornehmlich solche die Kunstharzappreturen mit nicht-ionogenem oder basischem Charakter ergeben. Solche Kunstharzappreturen bzw. Kunstharzappretur-Komponenten und -Verfahren sind in der Technik bekannt und in der Literatur auch zahlreich beschrieben, z. B. in Dr. M.W. RANNEY "Crease-Proofing Textiles" (Textile Processing Review, Nr. 2, NDC 1970), in CHWALA/ANGER "Handbuch der Textilhilfsmittel", Verlag Chemie, Weinheim, New York, 1977 (Kapitel 3.16.4 davon für die Kunstharze, und Kapitel 3.16.5 davon für die entsprechenden Katalysatoren) oder in den DE-OSen 31 37 404, 32 16 745, 32 16 913 und 33 30 120 und in der PCT-Offenlegungsschrift WO 81/02423.

Bevorzugte Klassen von Kunstharzen sind (nach der Einteilung von CHWALA/ANGER bezeichnet): Methylolharnstoff, Bis(methoxymethyl)-harnstoff, Poly(methylol)-melamin, 1,3-Bis(hydroxymethyl)-imidazolin-2-on, Mischungen von 1,3-Bis(hydroxymethyl)imidazolin-2-on und Poly(methylol)-melamin, 5-substituierte 1,3-Dimethylol-1,3,5-hexahydrotriazin-2-one (Triazone), Bis(methoxymethyl)-uron, Dimethylolpropylenharnstoff, cyclische 1,3-Dimethylol-4,5-dihydroxyäthylenharnstoffe und verwandte Verbindungen und Methylolcarbamate und außerdem Umsetzungsprodukte von Polyalkylenpolyaminen, insbesondere Diäthylentriamin, mit Dicyandiamid und (in Gegenwart von Katalysatoren wie $MgCl_2$) mit gegebenenfalls hydroxysubstituierten N-Methylol-alkylenharnstoffen, insbesondere N,N'-Dimethylol-äthylen- oder -propylenharnstoff oder N,N'-Dimethylol-dihydroxyäthylenharnstoff. Die Konzentration an Kunstharz und Katalysator kann in üblichen Bereichen gehalten werden, wie es für die gewünschte Kunstharzappretur erforderlich ist.

Die Wahl eines erfindungsgemäßen Wachspräparates (P) und die Qualität der entsprechenden erfindungsgemäßen Ausrüstung sind von der Wahl der Kunstharzappretur weder abhängig noch bedingt.

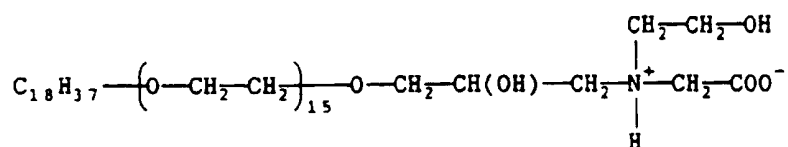
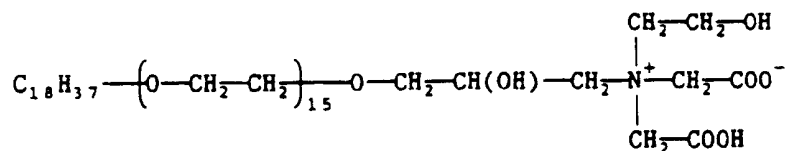
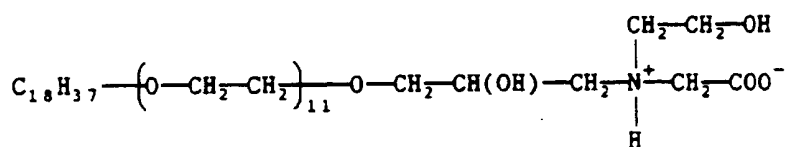
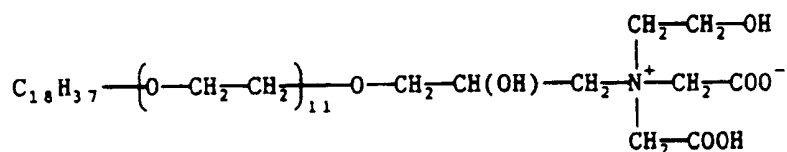
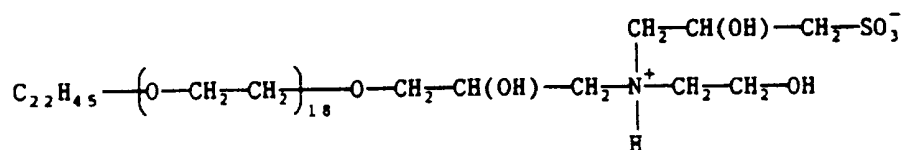
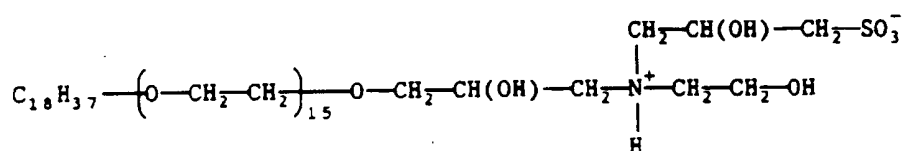
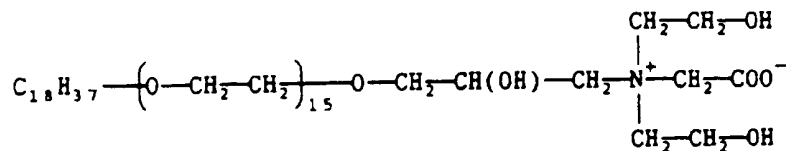
Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können Ausrüstungen mit hervorragendem Weichgriff und Hydrophilieverhalten erhalten werden, wobei optische Aufhellungen, insbesondere wie oben beschrieben, durch die erfindungsgemäße Ausrüstung praktisch nicht beeinträchtigt werden und in der Flotte vorhandene optische Aufheller durch das erfindungsgemäße weichmachende Präparat nicht destabilisiert werden sondern einwandfrei auf das Substrat zusammen mit dem Weichmacher applizierbar sind. Durch die erfindungsgemäße Ausrüstung kann außerdem auch die maschinelle Verarbeitbarkeit des Substrates verbessert werden (z. B. die Nähbarkeit und die Aufrauung von Flächen- oder Schlauchtextilware). Durch eine geeignete Formulierung der erfindungsgemäßen Präparate mit Tensiden vom Typus (A_2) oder/und (A_3) oder noch (B), insbesondere (B_2), kann auch ein verbessertes antistatisches Verhalten erzielt werden, vor allem bei der Ausrüstung von Synthesefasern oder modifizierten Naturfasern.

In den folgenden Beispielen bedeuten die Teile Gewichtsteile und die Prozente Gewichtsprozente; die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

Es werden die folgenden Wachse und Tenside eingesetzt:

Wachse (W): (W_1) Oxydiertes Polyäthylenwachs mit Tropfpunkt = $103^\circ C$, Säurezahl = 25 und Dichte bei $20^\circ C$ = $0,96 \text{ g/cm}^3$ (HOECHST-Wachs PAD 522);

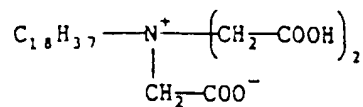
Tenside (A₁) der folgenden Formeln (in Form der freien Säure bzw. der inneren Salze).

(A₁₁)(A₁₂)(A₁₃)(A₁₄)(A₁₅)(A₁₆)(A₁₇)

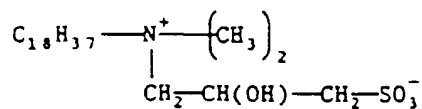
$\text{C}_{18}\text{H}_{37}$ = Stearyl

$\text{C}_{22}\text{H}_{45}$ = Behenyl.

Tenside (A₂) der folgenden Formeln (in Form der freien Säure bzw. der inneren Salze).

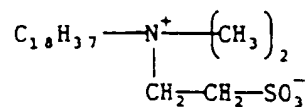
(A₂₁)

5

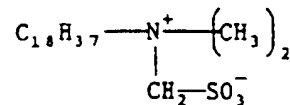
(A₂₂)

10

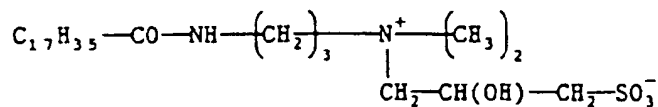
15

(A₂₃)

20

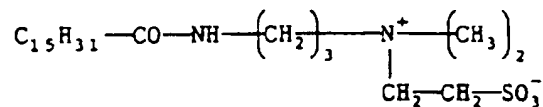
(A₂₄)

25

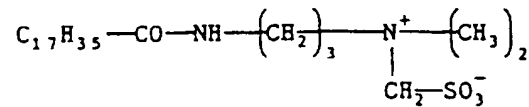
(A₂₅)

30

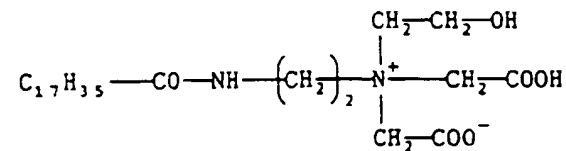
35

(A₂₆)

40

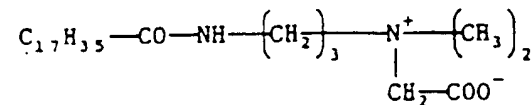
(A₂₇)

45

(A₂₈)

50

55

(A₂₉)

60

$\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{---CO---}$ = Palmitoyl

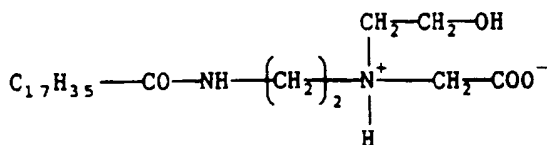
$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{---CO---}$ = Stearoyl

$\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{---}$ = Stearyl.

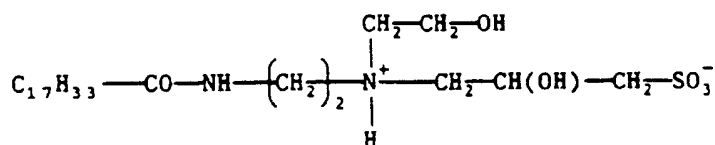
65

Tenside (A₃) der folgenden Formeln (in Form der freien Säure bzw. der inneren Salze).

(A₃₁)



(A₃₂)



$\text{C}_{17}\text{H}_{33}-\text{CO}-$ = Oleoyl

$\text{C}_{17}\text{H}_{35}-\text{CO}-$ = Stearoyl.

Tenside (B₁):

(B₁₁) Anlagerungsprodukt von (der Reihe nach) 2 Mol Äthylenoxyd, 4 Mol Propylenoxyd und 7 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Tetramethylnonanol;

(B₁₂) Anlagerungsprodukt von 60 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Oleylalkohol;

(B₁₃) Anlagerungsprodukt von 10 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Stearylalkohol;

(B₁₄) Sojalecithinhydrolysat (Lipotin NE der Firma Lukas Meyer, Hamburg, BRD);

(B₁₅) Anlagerungsprodukt von 40 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol eines Fettalkoholgemisches (Oleylalkohol/Cetylalkohol 2 : 1);

(B₁₆) Umsetzungsprodukt von 1 Mol Monochloressigsäure mit dem Anlagerungsprodukt von 12 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol eines Fettalkoholgemisches (Oleylalkohol/Cetylalkohol 2 : 1).

Tenside (B₂):

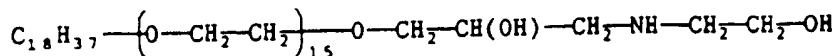
(B₂₁) Kondensationsprodukt aus 2 Mol Stearinsäure und 1 Mol Diäthanolamin;

(B₂₂) Kondensationsprodukt aus 1,5 Mol Stearinsäure und 1 Mol N-(β-Aminoäthyl)-äthanolamin;

(B₂₃) Kondensationsprodukt aus 1,3 Mol Stearinsäure und 1 Mol Glycerin.

Beispiel 1 [Zwischenprodukt (A₀₁)]

Zu 930 Teilen Stearyl-poly(15)-äthylenglykoläther werden bei 65–70°C nach Zusatz von 9,3 Teilen Bortrifluorid-Ätherat innert etwa 30 Minuten 92,6 Teile Epichlorhydrin zugetropft. Nach 11/2 Stunden werden 61 Teile Monoäthanolamin und 133 Teile 40%-iger Natronlauge zugetropft. Nach 1 Stunde bei 80°C wird abgekühlt und ausgeladen. Man erhält 1225 Teile einer cremefarbenen harten Paste mit einem Aktivstoffgehalt von 85,4%. Es entspricht der Formel



Beispiel 2 [Tensid (A₁₁)]

Zu 613 Teilen Zwischenprodukt (A₀₁) werden bei 75°C 58,3 Teile Monochloressigsäure-Natriumsalz zudosiert, ohne die Temperatur über 85°C steigen zu lassen. Nach 11/2 Stunden wird die Masse heiß ausgeladen. Man erhält 660 Teile Produkt mit einem Aktivstoffgehalt von 78,0%.

Beispiel 3 [Tensid (A₁₂)]

Man verfährt wie im Beispiel 2 beschrieben, mit dem Unterschied, daß anstelle von 58,3 Teilen Monochloressigsäure-Natriumsalz, 116,6 Teile davon eingesetzt werden und, statt 11/2 Stunden, 3 Stunden reagieren gelassen wird.

Beispiel 4 [Tenside (A₁₃) und (A₁₄)]

Man verfährt wie in den Beispielen 1, 2 und 3 beschrieben, mit dem Unterschied, daß anstelle von Stearyl-poly(15)-äthylenglykoläther die äquivalente Menge Stearyl-poly(11)-äthylenglykoläther eingesetzt wird.

Beispiel 5 [Tensid (A₁₆)]

Zu 465 Teilen Zwischenprodukt (A₀₁) werden bei 70°C 99 Teile 3-Chlor-2-hydroxypropansulfonsäure-Natriumsalz innert 15 Minuten eingestreut. Nach einer Nachrührzeit von 5 Stunden bei 85°C wird ausgeladen. Man erhält 555 Teile Produkt mit einem Aktivstoffgehalt von 94,6%.

5

Beispiel 6 [Tensid (A₁₅)]

Man verfährt wie in den Beispielen 1 und 5 beschrieben, mit dem Unterschied, daß anstelle von Stearyl-poly(15)-äthylenglykoläther die äquivalente Menge Behenyl-poly(18)-äthylenglykoläther eingesetzt wird.

10

Beispiel 7 [Tensid (A₁₇)]

Man verfährt wie in den Beispielen 1 und 2 beschrieben, mit dem Unterschied, daß anstelle von Monoäthanolamin die äquivalente Menge Diäthanolamin eingesetzt wird.

15

Beispiel 8 [Tensid (A₂₉)]

220 Teile Wasser, 330 Teile Hexylenglykol, 756 Teile N-[3-(N,N'-Dimethylamino)-propyl]-stearinsäureamid werden vorgelegt und auf 60°C aufgeheizt. 233 Teile Monochloressigsäure-Natriumsalz werden zugegeben. Nach leichter Exothermie wird bei 70–75°C 3 Stunden nachgerührt. Eine Chlorionentitration zeigt einen Umsetzungsgrad von 97%. Man erhält 1539 Teile Produkt mit einem Aktivstoffgehalt von 55,6%.

20

Beispiel 9 [Dispersion (D₁)]

90 Teile Zwischenprodukt (A₀₁) und 60 Teile N-[3-(Dimethylamino)-propyl]-stearinsäureamid werden auf 75°C aufgeheizt und mit 27,5 Teilen Monochloressigsäure-Natriumsalz leicht exotherm — zur Bildung eines Gemisches der Tenside (A₂₉) und (A₁₁) — umgesetzt. Nach 1–2 Stunden wird auf 105°C aufgeheizt. Es werden 71,5 Teile Wachs (W₁), 18,7 Teile Paraffinöl, 28 Teile Hexylenglykol und 10 Teile Triäthanolamin zugegeben. Nachdem eine homogene Schmelze entstanden ist, wird eine Lösung von 14 Teilen Tensid (B₁₁), 4 Teilen Tensid (B₁₄) und 0,2 Teilen Silikonantischäummittel VF 1169 (WACKER-CHEMIE) in 964 Teilen Wasser so zudosiert, daß die Temperatur der Schmelze nicht unter 85°C sinkt. Während der Abkühlphase werden noch 143 Teile eines wäßrigen Tensidgemisches, enthaltend 14% (B₂₁), 1,6% (B₂₂), 4,4% (B₁₂), 2,3% (B₁₃) und 2,1% (A₃₂), zugemischt. Man erhält 1430 Teile einer cremig-weißen, flüssigen Dispersion.

25

30

35

Beispiel 10 [Dispersion (D₂)]

114 g Tensid (A₁₁) und 113 g Tensid (A₂₉) werden vorgelegt und auf 105°C aufgeheizt. Während der Aufheizzeit werden 57,2 g Wachs (W₁), 20 g Paraffinöl, 10 g Triäthanolamin, 14 g Tensid (B₁₁) und 4 g Tensid (B₁₄) zugegeben. Nachdem eine homogene Schmelze entstanden ist, werden 930 g kaltes Wasser so zudosiert, daß die Temperatur der Schmelze nicht unter 90°C sinkt. Während der Abkühlphase werden noch 150 g eines wäßrigen Tensidgemisches enthaltend 14% (B₂₁), 1,6% (B₂₂), 4,4% (B₁₂), 2,3% (B₁₃) und 2,1% (A₃₂), zugemischt. Man erhält 1412 Teile einer cremig-weißen Dispersion.

40

Beispiele 10a bis 10f [Dispersionen (D_{2a}) bis (D_{2f})]

45

Ersetzt man im Beispiel 10 die 114 g Tensid (A₁₁) durch jeweils 0,086 Mol (bezogen auf Aktivsubstanzgehalte) der Tenside (A₁₂) bis (A₁₇), so werden ebenso wertvolle Weichmacher mit guter Saugfähigkeit und gutem Weißgrad erhalten.

50

Beispiele 10g bis 10n [Dispersionen (D_{2g}) bis (D_{2n})]

50

Ersetzt man im Beispiel 10 die 113 g Tensid (A₂₉) durch jeweils 0,15 Mol (bezogen auf Aktivsubstanzgehalte) der Tenside (A₂₁) bis (A₂₈), so werden ebenfalls sehr wertvolle hydrophile Weichmacher erhalten.

55

Beispiel 11 [Dispersion (D₃)]

55

Es wird entsprechend Beispiel 9 verfahren, jedoch werden anstelle von 60 Teilen N-[3-(Dimethylamino)-propyl]-stearinsäureamid, 50 Teile N,N-Dimethyl-stearylamin eingesetzt. Außerdem werden kein Paraffinöl und kein Hexylenglykol verwendet. Man erhält 1373 Teile einer cremigen Dispersion mit guten applikatorischen Eigenschaften.

60

Beispiel 12 [Dispersion (D₄)]

Es wird entsprechend Beispiel 9 verfahren, jedoch werden anstelle von 27,5 Teilen Monochloressigsäurenatriumsalz 46,4 Teile pulveriges 3-Chlor-2-hydroxypropansulfonsäurenatriumsalz eingesetzt. Man erhält 1392 Teile einer Dispersion mit guten applikatorischen Eigenschaften.

65

Beispiel 13 [Dispersion (D₅)]

Man verfährt wie im Beispiel 9, legt aber zusätzlich 30 Teile Hydroxyäthylaminoäthyl-stearinsäureamid vor und carboxymethyliert nicht mit 27,5 sondern mit 37,0 Teilen Chloressigsäurenatriumsalz. Man erhält 1469 Teile einer Dispersion mit ausgezeichneten Weichmachereigenschaften.

Beispiel 14 [Dispersion (D₆)]

40 Teile Zwischenprodukt (A₀₁) und 30 Teile N-[3-(Dimethylamino)-propyl]-stearinsäureamid werden wie im Beispiel 9 mit 14 Teilen Monochloressigsäure-Natriumsalz umgesetzt. Danach werden bei 105°C 30 Teile Wachs (W₁), 0,5 Teile Silikonantischäummittel VF 1169 (Wacker Chemie) und 5 Teile Triäthanolamin zugegeben. Ist eine homogene Schmelze entstanden, werden 20 Teile Tensid (B₂₃) sowie 5 Teile Tensid (B₁₅) zugesetzt. Anschließend werden 350 Teile entmineralisiertes Wasser so zugesetzt, daß die Temperatur nicht unter 85°C sinkt. Diese Masse wird in eine 75°C warme Lösung von 5 Teilen Tensid (B₁₄) in 380,5 Teilen entmineralisiertes Wasser eingerührt und abgekühlt. Bei 35°C werden schließlich noch 120 Teile eines wäßrigen Tensidgemisches, enthaltend 14% (B₂₁), 1,6% (B₂₂), 4,4% (B₁₂), 2,3% (B₁₃) und 2,1% (A₃₂), zugemischt. Man erhält 1000 Teile einer cremig-weißen, flüssigen Dispersion.

Beispiel 15 [Dispersion (D₇)]

25 Teile Zwischenprodukt (A₀₁) und 35 Teile N-[3-(Dimethylamino)-propyl]-stearinsäureamid werden wie im Beispiel 9 in Gegenwart von 10 Teilen Paraffinöl und 0,4 Teilen Silikonantischäummittel VF 1169 (Wacker Chemie) mit 14 Teilen Monochloressigsäure-Natriumsalz umgesetzt. Danach werden bei 105°C 30 Teile Wachs (W₁) und 5 Teile Triäthanolamin zugegeben. Ist eine homogene Schmelze entstanden, werden 41 Teile Tensid (B₂₃) sowie 4 Teile Tensid (B₁₅) zugesetzt. Anschließend werden 450 Teile entmineralisiertes Wasser so zugesetzt, daß die Temperatur nicht unter 85°C sinkt. Diese Masse wird in eine 75°C warme Lösung von 5 Teilen Tensid (B₁₆) in 255,6 Teilen entmineralisiertes Wasser eingerührt und abgekühlt. Bei 35°C werden schließlich noch 100 Teile eines wäßrigen Tensidgemisches, enthaltend 14% (B₂₁), 1,6% (B₂₂), 4,4% (B₁₂), 2,3% (B₁₃) und 2,1% (A₃₂), sowie 25 Teile einer 40%-igen Lösung von Cumolsulfonat Na-Salz zugemischt. Man erhält 1000 Teile einer cremig-weißen, flüssigen Dispersion.

Beispiel 16 [Präparat (T₁)]

Es wird wie im Beispiel 9 verfahren, jedoch ohne das Wasser zuzufügen. Außerdem werden statt 143 Teilen der wäßrigen Tensidmischung 35,8 Teile Trockenes Tensidgemisch eingesetzt. Diese Schmelze wird direkt ausgeladen. Man erhält 358,8 Teile einer festen Paste (T₁).

10 Teile dieser Paste werden vor der Applikation mit 35,5 Teilen Wasser auf 80°C aufgeheizt, 15 Minuten gut gerührt und wieder abgekühlt. Die erhaltene Dispersion entspricht derjenigen, die im Beispiel 9 erhalten wird.

Auf analoge Weise wie das Präparat (T₁) hergestellt, können die Komponenten der Dispersionen (D₂) bis (D₇) in Form von trockenen Präparaten (T₂) bis (T₇) hergestellt werden, die dann wie das Präparat (T₁) mit heißem Wasser zu entsprechenden Dispersionen verdünnt werden können.

Applikationsbeispiel A

Ein gebleichtes und optisch aufgehelltes, trockenes Baumwollfrotteestück (Handelsware) mit einem Gewicht von 50 g wird mit einer Flotte von 20 g/l der Dispersion (D₁) aus Beispiel 9 und 0,2 g/l des Anlagerungsproduktes von 6 Mol Äthylenoxyd an 1 Mol Isotridecylalkohol, bis zu einer Flottenaufnahme von 75% foulardiert. Nach dem Trocknen im Spannrahmen bei einer Umlufttemperatur von 140–150°C und Klimatisieren, wird ein sehr guter Weichgriff und eine sehr gute Saugfähigkeit (ein Tropfen Wasser versinkt sofort) erhalten. Der Weißgrad ist einwandfrei.

Auf analoge Weise wie die Dispersion (D₁) werden in dem Applikationsbeispiel A die Dispersionen (D₂) bis (D₇) eingesetzt.

Applikationsbeispiel B

Ein gebleichtes Baumwollgewebe wird mit einer wäßrigen Klotzflotte der folgenden Zusammensetzung: 50 g/l N,N'-Dimethylol-dihydroxyäthylenharnstoff, 12 g/l Magnesiumchlorid Hexahydrat und 40 g/l Dispersion (D₂)

bis zu einer Trockengewichtszunahme von 75% geklotzt, dann bei einer Umgebungsluft von 140°C getrocknet und bei 160°C für 5 Minuten kondensiert. Man erhält ein knitterfrei ausgerüstetes Gewebe mit guter Dimensionsstabilität, angenehmem Weichgriff und einer ausgezeichneten Hydrophilie.

Auf analoge Weise wie die Dispersion (D₂) werden in dem Applikationsbeispiel B die Dispersionen (D₁) und (D_{2a}) bis (D₇) eingesetzt.

Applikationsbeispiel C

Ein gebleichtes Baumwollgewebe wird mit einer wäßrigen Klotzflotte der folgenden Zusammensetzung:

25 g/l Dispersion (D₁)

und 1,3 g/l des optischen Aufhellers 4,4'-Bis-[2''-phenylamino-4''-N,N-bis-(β-hydroxypropyl)amino-1'',3'',5''-triazinyl-6''-amino]-stilben-2,2',4'',4''''-tetrasulfonsäure Tetranatriumsalz

bis zu einer Trockengewichtszunahme von 75% geklotzt und bei einer Umgebungsluft von 140°C getrocknet. Man erhält ein Gewebe mit angenehmem Weichgriff, ausgezeichneter Hydrophilie und hohem Weißgrad.

Auf analoge Weise wie die Dispersion (D₁) werden in dem Applikationsbeispiel C die Dispersionen (D₂) bis (D₇) eingesetzt.

Patentansprüche

1. Mit Wasser verdünnbares, amphotensidhaltiges Wachspräparat (P) enthaltend als Wachs

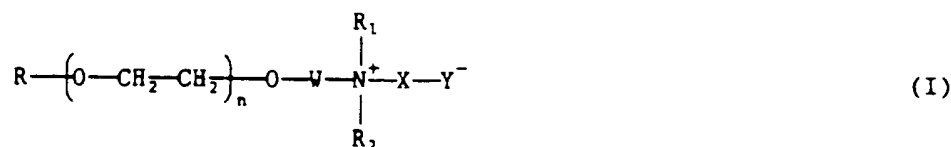
(W) ein oxidiertes und gegebenenfalls teilverseiftes Kohlenwasserstoffwachs oder ein Gemisch solcher Wachse

und als Tensid

(A₁) mindestens ein amphoterer Tensid, das eine Polyäthylenglykolätherkette enthält.

2. Präparat (P) gemäß Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß (A₁) eine lipophilsubstituierte Polyäthylenglykolätherkette und eine von Polyglykolätherketten freie, monokationische, amphotere Gruppe, die, gegebenenfalls über eine aliphatische nicht-ionogene Brücke, an die Polyglykolätherkette gebunden ist, enthält.

3. Präparat (P) gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß (A₁) in der Form des inneren Salzes der durchschnittlichen Formel



entspricht, worin

R einen Rest R' oder einen Rest der Formel R''-CO-,

R₁ C₁₋₄-Alkyl, C₂₋₃-Hydroxyalkyl, Benzyl oder -X-YM,

R₂ Wasserstoff, C₁₋₄-Alkyl, C₂₋₃-Hydroxyalkyl, Benzyl oder -X-YM,

R' einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen,

R'' einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 11 bis 23 Kohlenstoffatomen,

O-W einen Rest der Formel -O-CH₂-CHOH-CH₂- oder -O-CH₂-CO-NH-Z-,

X C₁₋₄-Alkylen oder β-Hydroxy-C₃₋₄-alkylen,

Y⁻ -COO⁻ oder -SO₃⁻,

YM -COOM oder -SO₃M, M Wasserstoff oder ein farbloses Kation,

Z C₂₋₆-Alkylen

und n eine Zahl von 5 bis 30

bedeuten und, wenn das Molekül mehr als einen Rest Y enthält, höchstens einer davon SO₃ bedeutet.

4. Präparat (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3 zusätzlich enthaltend

(A') mindestens ein von Polyäthylenglykolätherketten freies, monokationisches, amphoterer Tensid, das mindestens einen lipophilen Rest enthält.

5. Präparat (P) gemäß Anspruch 4, worin (A') durch einen Gehalt an

(A₂) mindestens einem amphoteren Tensid der allgemeinen Betainreihe, das keine Polyäthylenglykolätherkette enthält,

gekennzeichnet ist.

6. Präparat (P) gemäß Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß (A₂) in der Form des inneren Salzes der Formel



entspricht, worin

R₀ unabhängig von R einen Rest R' oder einen Rest der Formel R'-O-W- oder der Formel R''-CO-NH-Z-,

und R₃ C₁₋₄-Alkyl, C₂₋₃-Hydroxyalkyl, Benzyl oder -X-YM

oder R₁ und R₃ zusammen mit dem Stickstoff an welchen sie gebunden sind einen Morpholiniumring bedeuten und, wenn das Molekül mehr als einen Rest Y enthält, höchstens einer davon SO₃ bedeutet.

7. Präparat (P) gemäß einem der Ansprüche 4 bis 6, worin (A') durch einen Gehalt an

(A₃) mindestens einem nicht-quaternären amphoterem Tensid das keine Polyäthylenglykolätherkette enthält, gekennzeichnet ist.

8. Mit Wasser verdünnbares Präparat (P) gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß (A₃) in der Form des inneren Salzes der Formel



entspricht.

9. Präparat (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, zusätzlich enthaltend

(B) mindestens ein nicht-ionogenes Tensid, mindestens ein schwach kationaktives Tensid oder/und mindestens ein schwach anionaktives Tensid.

10. Präparat (P) gemäß Anspruch 9, worin (B₂) ein Fettsäure-mono- oder/und -diglycerid enthält.

11. Präparat (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10, zusätzlich enthaltend

(C) einen Entschäumer, mindestens ein Öl, mindestens einen Lösungsvermittler oder/und mindestens ein Verflüssigungsmittel.

12. Präparat (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11, welches eine wäßrige Dispersion (D) oder ein trockenes Präparat (T) ist.

13. Präparat (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, bestehend im wesentlichen aus (W), (A) und gegebenenfalls (B) und/oder (C) und/oder Wasser und gegebenenfalls Säure oder/und Base zur pH-Einstellung.

14. Amphoterer Tensidgemisch (A) aus (A₁), welches wie im Anspruch 1 definiert ist, und (A'), welches wie im Anspruch 4 definiert ist.

15. Amphoterer Tensidgemisch gemäß Anspruch 14, welches ein Gemisch (A_{1/2}) ist aus (A₁), welches wie im Anspruch 1 definiert ist, und (A₂), welches wie im Anspruch 5 definiert ist.

16. Amphoterer Tensidgemisch gemäß Anspruch 14, welches ein Gemisch (A_{1/3}) ist aus (A₁), welches wie im Anspruch 1 definiert ist, und (A₃), welches wie im Anspruch 7 definiert ist.

17. Amphoterer Tensidgemisch gemäß Anspruch 14, welches ein Gemisch (A_{1/2/3}) ist aus (A₁), welches wie im Anspruch 1 definiert ist, (A₂), welches wie im Anspruch 5 definiert ist, und (A₃), welches wie im Anspruch 7 definiert ist.

18. Verfahren zur Herstellung von (A) gemäß Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Gemisch von polyglykolätherkettenhaltigen und polyglykolätherkettenfreien Tensiden, die jeweils eine gegebenenfalls protonierte, basische Aminogruppe enthalten, mit zur Einführung der anionischen Gruppen geeigneten Reagenzien umsetzt.

19. Verwendung der Präparate (P) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13 als Ausrüstungsmittel für Fasermaterial.

20. Verwendung von (P) gemäß Anspruch 19 zur weichmachenden Ausrüstung von Textilmaterial aus natürlicher oder regenerierter Cellulose.

21. Verwendung von (P) nach Anspruch 19 oder 20 zusammen mit einem Kunstharzausrüstungsmittel oder/und einem optischen Aufheller.